

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 59046032
PUBLICATION DATE : 15-03-84

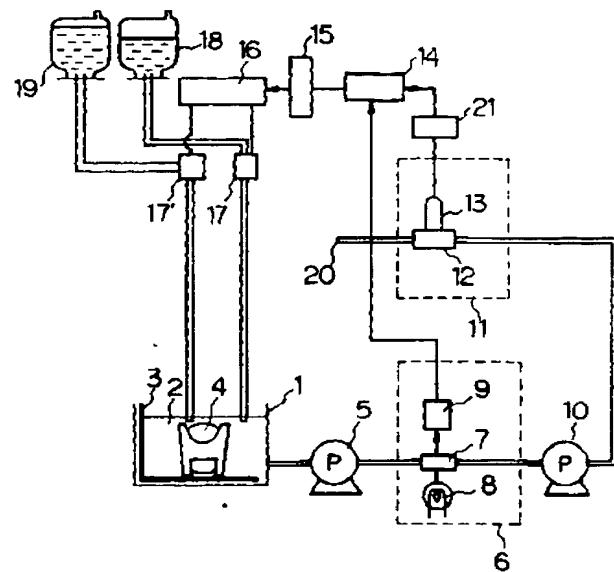
APPLICATION DATE : 09-09-82
APPLICATION NUMBER : 57155917

APPLICANT : HITACHI LTD;

INVENTOR : HIRATSUKA YUTAKA;

INT.CL. : H01L 21/304 B08B 3/00 H01L 21/306

TITLE : CLEANING DEVICE



ABSTRACT : PURPOSE: To stabilize cleaning work while also enabling the regeneration of a cleaning liquid for washing an Si wafer by using hydrogen peroxide, ammonia and water as the cleaning liquid and monitoring a hydrogen peroxide component and an ammonia component under an in-line system.

CONSTITUTION: A cleaning tank 1 is filled with the cleaning liquid 2 consisting of hydrogen peroxide, ammonia and water, and the Si wafer 4 is washed while heating the liquid 2 by a heater 3. One part of the liquid 2 is fed into a flow cell 7 in a hydrogen peroxide concentration measuring section 6 by using a pump 5 at that time, and concentration is measured by an ultraviolet light source 8 close to a 300nm wavelength and a transmitted light detector 9. The liquid 2 of which ultraviolet absorption measurement is completed is forwarded to the flow cell 12 of an ammonia concentration measuring section 11 by using a pump 10, and ammonia concentration is determined from a potential value generated by an ion electrode 13. Outputs from the measuring sections 6 and 11 are memorized to a micro-computer 15 through an interface 14, and the tank 1 is supplied with hydrogen peroxide and ammonia water in tanks 18 and 19 by a solenoid valve 16.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑮ 特許出願公開

⑰ 公開特許公報 (A)

昭59-46032

⑯ Int. Cl.³
H 01 L 21/304
B 08 B 3/00
H 01 L 21/306

識別記号

府内整理番号
7131-5F
Z 6420-3B
H 8223-5F

⑮ 公開 昭和59年(1984)3月15日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑯ 洗浄装置

⑰ 特 願 昭57-155917
⑰ 出 願 昭57(1982)9月9日
⑰ 発明者 原園正昭
横浜市戸塚区吉田町292番地株式会社日立製作所生産技術研究所内
⑰ 発明者 渡辺正博
横浜市戸塚区吉田町292番地株

式会社日立製作所生産技術研究所内
⑰ 発明者 平塚豊
横浜市戸塚区吉田町292番地株式会社日立製作所生産技術研究所内
⑰ 出願人 株式会社日立製作所
東京都千代田区丸の内1丁目5番1号
⑰ 代理人 弁理士 中村純之助

明細書

1. 発明の名称 洗浄装置

2. 特許請求の範囲

過酸化水素とアンモニアと水から成る洗浄液を用いる洗浄装置にして、試料採取ポンプと300nm付近の紫外線を放射する光源と透過光測定用フローセルと紫外線検出器から成る過酸化水素濃度測定部、アンモニウムイオン電極とフローセルとイオンメータから成るアンモニア濃度測定部、これら測定結果と設定値のずれを判断するマイクロコンピュータ、該コンピュータ用インタフェイス、洗浄槽、アンモニアと過酸化水素の供給タンク、電磁弁、電磁弁の制御部を備えてなることを特徴とする洗浄装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明はSiウェハなどの洗浄において、適正な洗浄液組成を保つための洗浄液の成分濃度モニタを有し、これに従って洗浄液成分濃度を適当な値にコントロールする機能を有する洗浄装置に関するものである。

従来、過酸化水素とアンモニアと水を用いたSiウェハなど用の洗浄液は、しばしば80°C程度に加熱して使用されるため、熱分解により數十分で過酸化水素の分解、アンモニアの蒸発により洗浄液の劣化が起こる。従来、これらの成分を確認しようとすれば、滴定などのオフラインで、しかも時間のかかる成分の分析法しかなく、オンラインでの直接成分濃度測定や液管理には適用できなかった。このため、一回洗浄することに洗浄液を新品に交換する等の無駄が多くなった。

本発明の目的は、上記した従来技術の欠点をなくし、オンラインで測定可能な過酸化水素とアンモニアと水から成るSiウェハなどの洗浄液の過酸化水素濃度のモニタとアンモニア濃度のモニタとこれらの液品の自動供給装置を有する洗浄装置を提供するにある。

本発明の要點とするとところは、過酸化水素とアンモニアと水から成る洗浄液中の過酸化水素成分が300nm付近の波長の紫外線の吸光度測定により

特開昭59- 46032(2)

本発明における、洗浄液の採取試料中の過酸化水素濃度の測定原理を、過酸化水素とアンモニアの紫外線波長に対する吸光度の変化を示す第1図のグラフを参照して説明すれば、次の通りである。

第1図において、曲線aが過酸化水素の吸光度を示す曲線、曲線bがアンモニアの吸光度を示す曲線である。第1図のグラフからわかるように、過酸化水素とアンモニアは、共に、波長194 nm付近の紫外線領域に吸収のピークをもっており、ピーク付近では両者の区別がつかない。しかし、過酸化水素の吸収スペクトルはブロードで、アンモニアの吸収がほとんどゼロになる300 nm付近でも、まだかなりの吸収を示す。従って、300 nm付近の吸光度測定を行なえば、アンモニアと過酸化水素と水が共存する洗浄液の採取試料中の過酸化水素の成分濃度のみを独立に測定できる。

本発明における、洗浄液の採取試料中のアンモニア濃度測定原理を、第2図のグラフを参照して説明する。

第2図は、アルカリ洗浄液中におけるアンモニ

ア濃度に対するアンモニウムイオン選択電極による電位の変化を示すグラフである。第2図のグラフからわかるように、アルカリ洗浄液中のアンモニア濃度は、アンモニウムイオン選択電極を用いたイオン電極法により測定することができる。

以下、本発明による過酸化水素とアンモニアと水から成る洗浄液を用いる洗浄装置について、図面を参照して具体的に説明する。

最初に、本発明における過酸化水素濃度測定原理とアンモニア濃度測定原理を述べ、その後で、本発明の洗浄装置の構成を一具体例につき述べる。

ア濃度に対するアンモニウムイオン選択電極による電位の変化を示すグラフである。第2図のグラフからわかるように、アルカリ洗浄液中のアンモニア濃度は、アンモニウムイオン選択電極を用いたイオン電極法により測定することができる。

次に、本発明の洗浄装置を、一具体例につき、第3図を参照して、詳細に説明する。

第3図は、上記の濃度測定原理に基づいた過酸化水素とアンモニア濃度のモニタを有する本発明の基本を示す模式構成図である。洗浄槽1には過酸化水素とアンモニアと水から成る洗浄液2が満たされヒーター3で加熱されており、Siウェハ4を洗浄している。洗浄液2の中の過酸化水素とアンモニアの濃度を測定するために、洗浄液2の一部を試料採取ポンプ5によりサンプリングし、過酸化水素濃度測定部6のフローセル7に送り込み、このフローセル内の過酸化水素濃度をHgランプなどの紫外線を発するランプとモノクロメータなどから構成される波長300 nm付近の紫外線光源8と、その透過光の検出器9により吸光測定する。フロ-

ーセル7で紫外線吸収測定された洗浄液の採取試料は、ポンプ10により、さらにアンモニア濃度測定部11のフローセル12に送り込まれた後排出口20から排出される。フローセル12に送り込まれた試料はイオン電極13により出力される電位値からアンモニア濃度の測定がなされ、イオンメータ21を経由してデータはインタフェイス14に送られる。上記により、ほぼ同時刻の洗浄槽1内の過酸化水素およびアンモニアの濃度測定が行なわれる。勿論この場合、アンモニア濃度測定用の採取試料は、洗浄槽から、過酸化水素濃度測定用の採取試料と並行に直接採取することも差し支えない。測定された過酸化水素とアンモニアの濃度データは、インターフェイス14を介して、マイクロコンピュータ15に送られ、あらかじめマイクロコンピュータ15に記憶された洗浄液の濃度データと比較、参照される。記憶データと実際の濃度の差から、あらかじめマイクロコンピュータ15に与えられたプログラムに基づき、電磁弁制御部16に命令が下され、電磁弁17、17'が開閉し、タンク18、19から必要量

だけの過酸化水素とアンモニアが洗浄槽1に供給され、これにより洗浄液2の過酸化水素およびアンモニアの濃度は常に一定範囲内の濃度を保つことができ、安定したSiウェーハの洗浄が行なわれる。

上記の説明からわかるように、本発明の洗浄装置によれば、半導体工業で極めて広く使われている過酸化水素とアンモニアと水から成る洗浄液中の過酸化水素成分とアンモニア成分のインラインモニタリングが可能となり、過酸化水素の減少によるSiウェーハの急激なエッティング防止や過酸化水素とアンモニアの適量供給による洗浄液の再生と寿命延長、洗浄の安定化を達成することができるものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は過酸化水素濃度の測定原理を説明するための過酸化水素とアンモニアの紫外線波長に対する吸光度の変化を示すグラフである。

第2図はアンモニア濃度の測定原理を説明するためのアルカリ洗浄液におけるNH₃濃度に対するアンモニウムイオン選択電極による電位の変化を

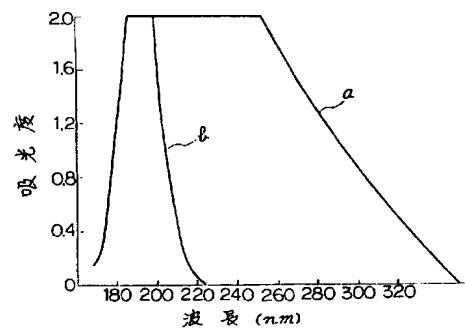
示すグラフである。

第3図は本発明の一具体例における洗浄装置の基本構成を示す模式図である。

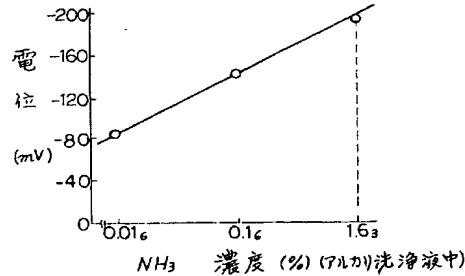
- 1 … 洗浄槽 ; 2 … 洗浄液 ;
- 3 … ヒータ ; 4 … Siウェーハ ;
- 5, 10 … 試料採取ポンプ ;
- 6 … 過酸化水素濃度測定部 ;
- 7 … 透過光測定用フローセル ;
- 8 … 紫外線光源 ; 9 … 紫外線検出器 ;
- 11 … アンモニア濃度測定部 ;
- 12 … フローセル ; 13 … イオン電極 ;
- 14 … インタフェイス ;
- 15 … マイクロコンピューター ;
- 16 … 電磁弁制御部 ; 17, 17' … 電磁弁 ;
- 18 … 過酸化水素タンク ;
- 19 … アンモニア水タンク ;
- 20 … 試料排出口 ; 21 … イオンメータ。

代理人弁理士 中村純之助

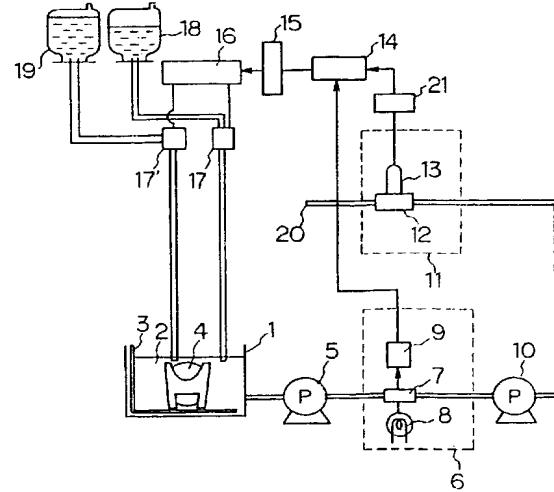
第1図



第2図



第3図



THIS PAGE BLANK (USPTO)